

DERWENT- 1983-22117K

ACC-NO:

DERWENT- 198309

WEEK:

*COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD*

**TITLE:** Removing aliphatic amine cpds. from aq. waste - by  
adjusting pH to moderate acidity and treating with sodium  
nitride in presence of halide

**INVENTOR:** MAMONTOV, A V; SHUKAILO, B N

**PATENT-ASSIGNEE:** ZHANTALAI B P[ZHANI]

**PRIORITY-DATA:** 1979SU-2793912 (July 10, 1979)

**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<u>SU 923961</u>	B April 30, 1982	N/A	003	N/A

**INT-CL (IPC):** C02F001/58

**ABSTRACTED-PUB-NO:** SU 923961B

**BASIC-ABSTRACT:**

Aliphatic amines and/or their salts are removed from waste by adjusting the pH to 2-5 with a carbonic acid or nitric acid, and heating with an alkaline or alkaline earth metal nitrite in presence of halide ions, resulting in evolution of nitrogen.

The method is faster and cheaper than the previous method of treating the waste with sodium nitrite followed by addn. of wastes contg. cpds. capable of N-coupling reactions. The 1.5-10 times redn. in treatment time results in a 1.5-10 times increase in throughput, and the method prevents contamination of the surroundings with amines.

The method allows replacement of short-supply methanol in denitrification by amine prodn. wastes following sepn. of organic nitrogen. (3pp)

**TITLE-** REMOVE ALIPHATIC AMINE COMPOUND AQUEOUS WASTE ADJUST PH

**TERMS:** MODERATE ACIDIC TREAT SODIUM NITRIDE PRESENCE HALIDE

**DERWENT-CLASS:** D15 E16

**CPI-CODES:** D04-B06; E10-B03B; E31-H05;

**CHEMICAL-** Chemical Indexing M3 \*02\* Fragmentation Code A111 A940  
**CODES:** C107 C108 C520 C730 C801 C802 C803 C804 C807 M411 M781  
M903 M910 N163 Q437 Q508 R023

Chemical Indexing M3 \*01\* Fragmentation Code H1 H100 H101  
H181 H182 H401 H481 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216  
M220 M221 M222 M223 M224 M231 M232 M233 M273 M280 M281  
M312 M315 M320 M321 M332 M342 M383 M391 M416 M620 M750  
M903 N163 N421 N513 Q437

**UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS:** ; 1131U ; 1697U ; 1707S

**SECONDARY-ACC-NO:**

**CPI Secondary Accession Numbers:** C1983-021594



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 923961

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 10.07.79 (21) 2793912/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 30.04.82. Бюллетень № 16

Дата опубликования описания 30.04.82

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

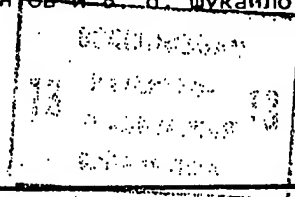
С 02 F 1/58

(53) УДК 663.632.  
.9(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

Б.П. Жанталай, А. В. Мамонтов и Б. Н. Шукайло

(71) Заявитель



(54) СПОСОБ ОБЕЗВРЕЖИВАНИЯ СТОЧНЫХ ВОД, СОДЕРЖАЩИХ  
АЛИФАТИЧЕСКИЕ АМИНОСОЕДИНЕНИЯ И/ИЛИ ИХ СОЛИ

1

Изобретение относится к очистке сточных вод от органических веществ и может быть использовано для очистки сточных вод, содержащих первичные алифатические аминокислоты и/или их соли.

Известен способ обезвреживания аминокислотных (толуиленамины) сточных вод обработкой их формалином в нейтральной среде [1].

Однако данный способ не дает полноты удаления толуиленамина из сточной воды (остаточное содержание до 100 мг/л) и требует большого расхода формалина. Полученный твердый отход трудно утилизировать.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ обезвреживания сточных вод, содержащих амины, нитритом натрия (диазотирование) с последующим добавлением сточных вод, содержащих примеси,

2

способные вступать в реакцию азосочетания [2].

Однако диазотирование известным способом требует понижения температуры до  $\leq 5^{\circ}\text{C}$ , что в значительной степени усложняет процесс, необходимость наличия в стоках веществ, способных к реакции азосочетания, ограничивает область применения в виду относительной дороговизны последних (нафтолы, нафтиламины, салициловая кислота и др.), как диазотирование, так и азосочетание проходят в вполне определенных и как правило различных значениях pH, что приводит к необходимости промежуточной нейтрализации сточных вод. При образовании водорастворимых форм продуктов азосочетания - красителей, резко ухудшающих качество воды по цветности и не окисляющихся биохимическим путем, возникает необходимость последующей специальной очистки сорбционными или окислительными мето-

дами. Кроме того, многостадийность сильно удлиняет время процесса. Так, время проведения диазотирования до 30-40 мин, азосочетание до 4 ч, а весь процесс с двумя нейтрализациями, фильтрованием, очисткой от растворимых соединений может продолжаться свыше 8 ч.

Цель изобретения - сокращение времени процесса.

Поставленная цель достигается тем, что в способе обезвреживания сточных вод, содержащих алифатические аминсоединения, включающем обработку нитритом щелочного или щелочноземельного металла, обработку сточных вод ведут при pH 2-5 в присутствии галогенид-ионов, предпочтительно в количестве 0,01-1%.

Для создания pH 2-5 используют карбоновые или азотную кислоту.

Способ осуществляется следующим образом.

Сточную воду, содержащую амины (гексаметилендиамин (ГМД), моноэтаноламин) и/или их соли (гексаметилендиаминадипат), подкисляют до pH 5 (а в случае нейтральной и щелочной среды) при 50-95°C, добавляют галогениды в виде NaCl или NaBr в количестве 0,01-1% от содержания амина, затем концентрированный раствор нитрита щелочного или щелочноземельного металла в эквиваленте к содержанию амина (или суммы амина и аммиака). Смесь выдерживают при исходной температуре (50-95°C) до прекращения выделения азота.

Пример 1. (известный). К 100 мл раствора солянокислого анилина (1 моль/л) с pH 2,4, охлажденному до 0°C, прибавляют 35%-ный раствор нитрита натрия (0,1 моль) по каплям в течение 30 мин. По окончании реакции (по иод-крахмальной бумаге) смесь перемешивают в течение 15 мин, нейтрализуют раствором соды, а затем реакционную массу смешивают со щелочным раствором салицилата натрия (0,1 моль). Температура не должна превышать 3°C. Для завершения реакции смесь перемешивают в течение 4 ч, а затем фильтруют выпавший краситель. Время проведения процесса 5 ч.

Пример 2. Исходную сточную воду с содержанием аммиака 10 г/л гексаметилендиаминадипата (АГ) 100 г/л с pH 7,8 в количестве 100 мл подкис-

ляют адипиновой кислотой до pH 5,0. Затем, поддерживая температуру смеси 80°C, добавляют 200 мг (0,1%) NaCl, нитрит натрия в количестве 5,25 г и смесь выдерживают при указанной температуре до прекращения выделения азота, а именно 20 мин.

Пример 3. 100 мл исходной сточной воды с содержанием аммиака 10 г/л, моноэтаноламина (МЭА) 100 г/л с pH 11 подкисляют азотной кислотой до pH 5,0. Опыт проводится с добавлением 20 мг NaCl (0,01%) аналогично примеру 1 и время составляет 28 мин.

Пример 4. 100 мл исходной сточной воды с содержанием аммиака 10 г/л, ГМД 100 г/л с pH 11,8 подкисляют азотной кислотой до pH 5,0. Затем, поддерживая температуру 80°C, добавляют эквивалентное количество концентрированного раствора нитрита кальция и смесь выдерживают при указанной температуре до прекращения выделения азота (40 мин).

Пример 5. К 100 мл исходной сточной воды с содержанием аммиака 10 г/л, ГМД 100 г/л добавляют 100 мг (0,045%) NaBr и обрабатывают аналогично примеру 3. Время составляет 10 мин.

Пример 6. К 100 мл раствора моноэтаноламина (1 моль/л), подкисленного азотной кислотой до pH 2; 3,5; 5; 7 и подогретого до 50; 70; 95°C, добавляют 35%-ный раствор нитрита натрия (0,1 моль) и выдерживают при заданной температуре до прекращения выделения азота. Отмечают время проведения процесса.

Пример 7. К 100 мл раствора моноэтаноламина, подкисленного до pH 2; 3,5; 5, добавляют 0,001; 0,01, 0,1; 1% NaBr по Br<sup>-</sup>, подогревают до 50; 75; 90°C, добавляют 35%-ный раствор нитрита натрия (0,1 моль) и выдерживают при данной температуре до прекращения выделения азота. Отмечают время проведения процесса.

Из результатов проведения опытов следует, что при pH 5,0, t = 50°C и содержании Br в смеси, равном 0,01%, время процесса составляет около 5 ч и равно времени проведения процесса по примеру 1 без учета времени охлаждения, во всех остальных опытах время процесса резко снижается и при pH 2,0, t = 95°C и содержании катализатора 1% составляет 10 мин (т.е. сокращается в ~30 раз).

Предлагаемый способ очистки сточных вод по сравнению с известным способом упрощает процесс очистки за счет сокращения времени ведения его в 1,5-10 раз, а это, в свою очередь, позволяет увеличить производительность установки в 1,5-10 раз, обеспечивает более надежную защиту окружающей среды от вредных веществ типа аминов и/или их солей или продуктов их сжигания и позволяет заменить дефицитный метанол в процессе денитрификации на отходы производства типа аминов благодаря удалению органического азота из них:

В настоящее время сточные воды подобного состава сжигаются. Предлагаемый способ является более дешевым и экономичным.

# Формула изобретения

1. Способ обезвреживания сточных вод, содержащих алифатические аминокислоты и/или их соли, включающий обработку нитритом щелочного или щелочноземельного металла, отличающийся тем, что, с целью сокращения времени процесса, обработку сточных вод проводят при pH 2-5 в присутствии галогенид-иона.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что галогенид-ион вводят в количестве 0,01-1%.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 201983, кл. С 02 С 1/40, 1966.

2. Патент ЧССР № 92431, кл. 85с 1, 1957.

Составитель А. Скороход

Редактор Ю. Ковач Техред Е. Харитончик Корректор М. Демчик

Заказ 2711/29

Тираж 980

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4